

Japanese Laid-open Patent

Laid-open Number: Hei 10-168559
Laid-open Date: June 23, 1998
Application Number: Hei 8-342653
Filing Date: December 6, 1996
Applicant: ULVAC JAPAN, Ltd.

(54) [Title of the Invention] ORGANIC THIN FILM FORMING
APPARATUS AND METHOD OF REUSING ORGANIC MATERIAL

(57) [Abstract]

[Object] There is provided an organic thin film forming apparatus in which an organic material adhered to a shutter for shielding steam from an organic material evaporation source can be easily recovered, and an organic material reusing method.

[Solving Means] An organic thin film forming apparatus of the present invention has an organic material evaporation sources 3 for evaporating an organic material 14 in a vacuum chamber 2 to form an organic thin film on a substrate, and shutters 4 for shielding and containing steam of the organic material 14 evaporated from the organic material evaporation source 3 until a predetermined evaporation rate is reached. The organic material 14 adhered to the shutters 4 is heated by a heater 5 to reevaporate it, the steam is cooled by a shroud 7 through

which a cooling medium 71 is circulated, and then captured and held in a holding portion 70. According to the present invention, an organic material for forming an organic EL element with a high purity can be reused.

[Claims]

[Claim 1] An organic thin film forming apparatus,
characterized by comprising:

an evaporation source for evaporating a predetermined
organic material in a vacuum chamber to form an organic thin
film on a substrate;

a shutter for shielding and containing steam of the
organic material evaporated from the evaporation source until
a predetermined evaporation rate is reached;

heating means for heating the organic material adhered to
the shutter to reevaporate it; and

holding means for capturing and holding the organic
material evaporated from the shutter.

[Claim 2] The organic thin film forming apparatus
according to claim 1, characterized in that the holding means
has cooling means for cooling the steam in the vacuum chamber.

[Claim 3] The organic thin film forming apparatus
according to claim 2, characterized in that the holding means
has cooling means for cooling the steam in the vacuum chamber
by using liquid nitrogen.

[Claim 4] The organic thin film forming apparatus
according to any one of claims 1 to 3, characterized in that
the predetermined organic material is an organic compound
monomer for forming an organic electroluminescence element.

[Claim 5] A method of reusing an organic evaporation material, in an organic thin film forming apparatus for shielding and containing steam of a predetermined organic material evaporated from an evaporation source for a vacuum evaporation by a shutter until a predetermined evaporation rate is obtained, the method is characterized in that the organic material adhered to the shutter is heated for reevaporation, and then the organic material is captured and held to reuse it as an evaporation material.

[Claim 6] The method of reusing an organic evaporation material according to claim 5, characterized in that the steam of the organic material reevaporated from the shutter is cooled to capture and hold it.

[Claim 7] The method of reusing an organic evaporation material according to claim 6, characterized in that the steam of the organic material is cooled by using liquid nitrogen.

[Claim 8] The method of reusing an organic evaporation material according to any one of claims 5 to 7, characterized in that the predetermined organic material is an organic compound monomer for forming an organic electroluminescence element.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Technical Field to which the Invention belongs]

The present invention relates to an organic thin film forming apparatus for forming an evaporation film of an organic compound on a substrate, for example, in the case where an organic EL (electroluminescence) element or the like is manufactured, and an organic material reusing method.

[0002]

[Prior Art]

Conventionally, a semiconductor-based electronics has been developed with an inorganic as a research subject. However, recently, a functional thin film using an organic compound is gathering attention. The reasons that the organic compound is used are as follows:

- (1) More various reaction systems and characteristics can be utilized in comparison with an inorganic.
- (2) A surface processing can be performed with a lower energy than that with the inorganic.

[0003]

As such a functional thin film, there are an organic EL element, a piezoelectric sensor, a pyroelectric sensor, an electrical insulating film, and the like. Such a functional thin film is formed mainly by evaporation. However, of those, in particular, the organic EL element can be used as a display panel. Thus, the expansion of an area of a film formed by evaporation is required.

[0004]

Fig. 5 shows a schematic structure of a conventional organic thin film forming apparatus. As shown in Fig. 5, this organic thin film forming apparatus 100 has a vacuum chamber 101 connected with a vacuum exhaust system (not shown). A plurality of organic material evaporation sources 102A and 102B are disposed on both sides of a partition plate 103 interposed therebetween at introduction portions 101A and 101B which are provided in the lower portion of this vacuum chamber.

[0005]

Shutters 104A and 104B for containing steam of the organic material are respectively provided in the vicinities above of the organic material evaporation sources 102A and 102B. Film thickness monitors 105A and 105B for measuring a film formation rate are provided in the vicinities above of the shutters 104A and 104B.

[0006]

On the other hand, a substrate 106 on which an evaporation film is to be formed is disposed in the upper portion of the vacuum chamber 101. Also, a heating means 108 having a heating portion 107 is provided over a substrate 54 to contact the substrate 106. Further, a main shutter 109 for shielding the steam of the organic material is provided under the substrate 106.

[0007]

When the evaporation is performed on the substrate 106 using this organic thin film forming apparatus 100, the vacuum exhaust in the vacuum chamber 101 is made. Then, with the state that the shutters 104A and 104B and the main shutter 109 are closed, the organic materials in the organic material evaporation sources 102A and 102B are heated at a predetermined temperature.

[0008]

After the temperature of the respective organic materials reaches the predetermined temperature to obtain a predetermined amount of evaporation, the shutters 104A and 104B and the main shutter 109 are opened, and then the organic materials are evaporated and deposited on the substrate 106 at a predetermined deposition rate to form an organic thin film having a predetermined thickness. After that, the shutters 104A and 104B and the main shutter 109 are closed.

[0009]

[Problems to be solved by the Invention]

However, in the case of the conventional organic thin film forming apparatus 100, it is necessary to close the shutters 104A and 104B until the temperature of the organic materials in the organic material evaporation sources 101A and 101B reaches the predetermined temperature to obtain the

predetermined amount of evaporation. Therefore, there is a problem that the organic materials are adhered onto the rear surfaces of the shutters 104A and 104B, that is, the surfaces opposing the organic material evaporation sources 101A and 101B.

[0010]

If the organic materials adhered onto the rear surfaces of the shutters 104A and 104B are left as is, these organic materials rise as powder by a vibration due to the opening and closing of the shutters 104A and 104B. As a result, there is the case where the evaporation film with a uniform thickness is not obtained. Therefore, in the conventional apparatus, the shutters 104A and 104B need to be frequently cleaned.

[0011]

Also, conventionally, the organic materials adhered onto the rear surfaces of the shutters 104A and 104B have been discarded. However, some of such organic materials are expensive and the organic materials reevaporated in a vacuum are refined in many cases. Therefore, the reuse of such organic materials has been desired.

[0012]

The present invention has been made to solve the problem of such a conventional technique, and an object is to provide an organic thin film forming apparatus in which the organic

material adhered to the shutter for shielding steam from the organic material evaporation source can be easily recovered, and an organic material reusing method.

[0013]

[Means for Solving the Problem]

To achieve the above object, the invention according to claim 1 is an organic thin film forming apparatus characterized by comprising: an evaporation source for evaporating a predetermined organic material in a vacuum chamber to form an organic thin film on a substrate; a shutter for shielding and containing steam of the organic material evaporated from the evaporation source until a predetermined evaporation rate is obtained; heating means for heating the organic material adhered to the shutter to reevaporate it; and holding means for capturing and holding the organic material evaporated from the shutter.

[0014]

In this case, as the invention according to claim 2, in the invention according to claim 1, it is effective that the holding means has cooling means for cooling the steam in the vacuum chamber.

[0015]

Also, as the invention according to claim 3, in the invention according to claim 2, it is effective that the

holding means has cooling means for cooling the steam in the vacuum chamber by using liquid nitrogen.

[0016]

Further, as the invention according to claim 4, in the invention according to any one of claims 1 to 3, it is particularly effective in the case where the predetermined organic material is an organic compound monomer for forming an organic electroluminescence element.

[0017]

On the other hand, the invention according to claim 5 is a method of reusing an organic evaporation material, in an organic thin film forming apparatus for shielding and containing steam of a predetermined organic material evaporated from an evaporation source for vacuum evaporation by a shutter until a predetermined evaporation rate is obtained, the method is characterized in that the organic material adhered to the shutter is heated for reevaporation, and then the organic material is captured and held to reuse it as an evaporation material.

[0018]

In this case, as the invention according to claim 6, in the invention according to claim 5, it is effective that the steam of the organic material reevaporated from the shutter is cooled to capture and hold it.

[0019]

Also, as the invention according to claim 7, in the invention according to claim 6, it is effective that the steam of the organic material is cooled by using liquid nitrogen.

[0020]

Further, as the invention according to claim 8, in the invention according to any one of claims 5 to 7, it is particularly effective in the case where the predetermined organic material is an organic compound monomer for forming an organic electroluminescence element.

[0021]

In the case of the invention according to claim 1 with the above structure, the organic material adhered to the shutter is heated by the heating means, and then the evaporated organic material is captured and held by the holding means. Thus, the surface of the shutter opposing the organic material evaporation source can be made to become the state that the organic material is not easily adhered thereto. As a result, in the film formation, there is no case where the organic material rises as powder by a vibration due to the opening and closing of the shutter. Also, it is unnecessary to frequently clean the shutter.

[0022]

In this case, as the invention according to claim 2, the

holding means has the cooling means for cooling the steam in the vacuum chamber, and in particular, as the invention according to claim 3, the holding means is constructed such that the steam is cooled by using liquid nitrogen, so that the steam of the organic material is easily captured.

[0023]

Also, as the invention according to claim 5, when the organic material adhered to the shutter is heated for reevaporation and then the organic material is captured and held to reuse it as an evaporation material, since the organic material adhered to the shutter is produced by evaporation in a vacuum, it is refined in many cases. Thus, the organic evaporation material with a high purity can be obtained.

[0024]

In this case, as the invention according to claim 6, the steam of the organic material reevaporated from the shutter is cooled to capture and hold it, and in particular, as the invention according to claim 7, the steam of the predetermined organic material is cooled by using liquid nitrogen. Thus, the steam of the organic material is easily captured and a recovery rate of the organic material is improved.

[0025]

Also, as the invention according to claim 4 or 8, When the predetermined organic material is the organic compound

monomer for forming the organic electroluminescence element,
the case where an expensive material is wasted does not arise.

[0026]

[Embodiment Mode of the Invention]

Hereinafter, a preferred embodiment of an organic thin film forming apparatus and an organic material reusing method according to the present invention will be described in details with reference to Figs. 1 to 4.

[0027]

Fig. 3 shows one example of the organic thin film forming apparatus according to this embodiment. As shown in Fig. 3, this organic thin film forming apparatus 1 has a vacuum chamber 2 connected with a vacuum exhaust system (not shown) such as a cryopump. Organic material evaporation sources 3 (3A and 3B) are disposed to interpose a partition plate 15 in a plurality of introduction portions 2A and 2B which are provided in the lower portion of the vacuum chamber 2.

[0028]

The insides of the organic material evaporation sources 3A and 3B are filled with various materials including Alq₃ [tris (8-hydroxyquinolate) aluminum sublimed] as an organic compound oligomer for manufacturing, for example, an organic EL element.

[0029]

[CHEM 1]

[0030]

Shutters 4 (4A and 4B) for containing steam of an organic material are provided in the upper side vicinities of the respective organic material evaporation sources 3A and 3B. Heaters 5 (5A and 5B) for heating the organic material mentioned later are provided above these shutters 4A and 4B. Note that, film thickness monitors 6 (6A and 6B) for measuring a film formation rate are provided in the vicinities above of the respective shutters 4A and 4B.

[0031]

Also, a shroud 7 is provided around the respective organic material evaporation sources 3A and 3B. This shroud 7 is structured such that liquid nitrogen are circulated through the inside, as mentioned later. Also, the shroud 7 has a function for capturing moisture around the respective organic material evaporation sources 3A and 3B and steam of the organic material 14 reevaporated from the shutters 4A and 4B.

[0032]

On the other hand, a substrate 8 on which an evaporation film is to be formed is disposed in the upper portion of the

vacuum chamber 2. Also, a heating portion 10 having, for example, a hot water pipe 9 for heating is provided over and contacting the substrate 8. Further, a main shutter 11 for shielding the steam of the organic material is provided under the substrate 8.

[0033]

Also, a shroud 12 is provided to surround the substrate 8 and the main shutter 11 in the vicinities of side walls of the vacuum chamber 2. This shroud 12 is structured such that liquid nitrogen and the like are circulated through the inside. Also, the shroud 12 has a function for capturing moisture around the substrate 8 and the steam of the organic material 14 reevaporated from the inner wall of the vacuum chamber 2.

[0034]

Further, gas introduction means 13 for introducing an inert gas such as a nitrogen gas into the vacuum chamber 2 is connected with the vacuum chamber 2.

[0035]

Fig. 1 shows substantial parts of this embodiment. Fig. 1(a) is a schematic view representing a structure of the shutter 4 and its vicinities. Fig. 1(b) is an explanatory view showing a method of reusing the organic material adhered to the shutter 4.

[0036]

As shown in Fig. 1(a), the shutter 4 which is provided over the organic material evaporation source 3 is attached to a support 41 by an arm 40, and thus can be rotated freely in a horizontal direction. The heater 5 which is provided on the upper surface of the shutter 4 is connected with a power source unit 51 which is provided outside the vacuum chamber 2, through a lead wire 50.

[0037]

The shutter 4 is composed of, for example, a disk-shaped member made of high melting point metal such as titanium (Ti) or molybdenum (Mo). A mirror surface is formed on the lower surface of the shutter 4.

[0038]

On the other hand, as shown in Fig. 1(b), the inside of the shroud 7 which is provided around the organic material evaporation source 4 is filled with a cooling medium 71 such as liquid nitrogen. Also, a holding portion 70, made from a concave portion, for recovering the organic material 14 adhered onto the lower surface of the shutter 4 is formed on the upper surface of shroud 7.

[0039]

Then, as shown in Fig. 2, the shutter 4 is constructed so as to move between the upper side of the organic material evaporation source 3 and the upper side of the holding portion

70 of the shroud 7. In this case, the shutter 4 is disposed extremely near the holding portion 70 of the shroud 7.

[0040]

Further, as shown in Figs. 1 and 2, the holding portion 70 of the shroud 7 is structured so as to have a circular shape with a larger diameter than that of the shutter 4, and to have a larger diameter than that of the organic material evaporation source 3.

[0041]

Fig. 4 shows a positional relationship among the organic material evaporation sources 3, the shutters 4, and the holding portions 70 of the shrouds 7. As shown in Fig. 4, there is the case where a plurality of (three in the example shown in Fig. 4) organic material evaporation sources 3 (3A, 3B, and 3C) each having the same structure are provided in the vacuum chamber 2, a plurality of (three in the example) shutters 4 (4A, 4B, and 4C) each having the same structure are provided therein, and a plurality of (three in the example) shrouds 7 (7A, 7B, and 7C) each having the same structure are provided therein. In this case, the organic material evaporation sources 3A, 3B, and 3C, the shutters 4A, 4B, and 4C, and holding portions 70A, 70B, and 70C of the shrouds 7A, 7B, and 7C are concentrically arranged. The respective shutters 4A, 4B, and 4C are constructed so as to move between

the upper sides of the organic material evaporation source 3A, 3B, and 3C and the upper sides of the holding portions 70A, 70B, and 70C by the rotation of the support 41.

[0042]

In this embodiment with such a structure, when the organic thin film is formed on the substrate 8, after a vacuum exhaust in the vacuum chamber 2 is performed such that the pressure in the vacuum chamber 2 reaches a predetermined pressure, the organic materials in the respective organic material evaporation sources 3 are heated at a predetermined temperature with the state that the shutters 4 and the main shutter 11 are closed.

[0043]

After the temperature of the organic materials in the respective organic material evaporation sources 3 reaches the predetermined temperature to obtain a predetermined amount of evaporation, the shutters 4 and the main shutter 11 are opened, and then the organic materials are evaporated and deposited on the substrate 8 at a predetermined deposition rate. Then, after an organic thin film having a predetermined thickness is formed, the shutters 4 and the main shutter 11 are closed.

[0044]

When such a vacuum evaporation is repeated, as shown in Fig. 1, the organic material 14 is adhered onto the lower

surface of the shutter 4 and deposited thereon. The organic material adhered to the shutter 4 can be recovered and reused using the following method.

[0045]

First, the inner pressure of the vacuum chamber 2 is returned to an atmospheric pressure. Then, as shown in Fig. 2, the shutter 4 is moved from the upper side of the organic material evaporation source 3 to dispose the upper side of the holding portion 70 of the shroud 7.

[0046]

Then, a current is passed through the heater 5 provided on the upper surface of the shutter 4 to heat the shutter 4, and thus the organic material 14 adhered onto the lower surface thereof is heated. In this case, the organic material 14 is heated at a temperature that the organic material 14 is evaporated (for example, about 350°C in the case of Alq_3).

[0047]

The steam of the evaporated organic material 14 is cooled in the surface of the shroud 7 to become a solid state, and then is captured in the holding portion 70 of the shroud 7. Thus, if this organic material is recovered, it can be used as the organic material for reevaporation.

[0048]

According to this embodiment with such a structure, the

lower surface of the shutter 4 can be made to become the state that the organic material 14 is not easily adhered thereto. As a result, the organic material 14 does not rise as powder by a vibration due to the opening and closing of the shutter 4 during the film formation. Therefore, the evaporation film with a uniform thickness can be always obtained. Also, the frequency of cleaning of the shutter 4 can be reduced.

[0049]

Also, since the organic material 14 adhered onto the lower surface of the shutter 4 is produced by the evaporation in the vacuum, it is refined in many cases. Thus, the organic evaporation material with a high purity can be obtained. Therefore, when this material is reused, the organic thin film with a further high quality can be formed.

[0050]

On the other hand, there is an expensive material as the organic material for forming the organic EL thin film. However, according to this embodiment, there is no case where the evaporation material is wasted, and thus the cost can be reduced.

[0051]

Note that, the present invention is not limited to the above embodiment, and various modifications can be made. For example, a pattern of the heater 5 provided on the shutter 4

can be made with various shapes. Also, various heaters such as an infrared lamp heater can be used as the heater 5.

[0052]

Also, a container for holding the organic material 14 can be provided separately from the shroud 7. As the above mentioned embodiment, when the holding portion 70 is provided on the upper surface of the shroud 7, a more compact structure can be obtained.

[0053]

Further, in the above embodiment, the liquid nitrogen as the cooling medium 71 is circulated through the inside of the shroud 7. However, for example, the structure may be such that cold water is circulated.

[0054]

Furthermore, the timing when the shutter 4 is heated to recover the organic material 14 can be arbitrarily set. However, it is difficult to capture the organic material 14 in a vacuum. Therefore, it is preferable, for example, to heat the shutter 4 in an atmosphere during the maintenance.

[0055]

Furthermore, the present invention is applied to not only an apparatus for manufacturing the organic EL element, but also, for example, to an apparatus for manufacturing an organic sensor and an apparatus for forming a polymer thin

film using evaporation polymerization. Of course, the present invention has a large effect for particularly an organic EL element manufacturing apparatus using an expensive organic material.

[0056]

[Effects of the Invention]

As described above, according to the present invention, the surface of the shutter opposing the organic material evaporation source can be made to become the state that the organic material 14 is not easily adhered thereto. The rise of the organic material by the vibration due to the opening and closing of the shutter during film formation can be prevented. Therefore, according to the present invention, the evaporation film with a uniform thickness can be always obtained. Also, the frequency of cleaning of the shutter can be reduced.

[0057]

Further, since the organic material adhered to the shutter is produced by the evaporation in the vacuum, it is refined in many cases. Thus, the organic evaporation material with a high purity can be obtained. Therefore, when this material is reused, the organic thin film with a further high quality can be formed.

[0058]

On the other hand, there is an expensive material as the

organic material for forming the organic EL thin film. However, according to the present invention, there is no case where the evaporation material is wasted, and thus the cost can be reduced.

[Brief Description of the Drawings]

[Fig. 1]

Fig. 1 shows substantial parts of the organic thin film forming apparatus according to the present invention, Fig. 1(a) is a schematic view representing a structure of the shutter and its vicinities and Fig. 1(b) is an explanatory view showing a method of reusing the organic material adhered to the shutter.

[Fig. 2]

An explanatory view showing the movement of the shutter in the embodiment.

[Fig. 3]

A schematic view representing the entire structure of the embodiment.

[Fig. 4]

An explanatory view showing a positional relationship among the organic material evaporation sources, the shutters, and the holding portions of the shrouds in the embodiment.

[Fig. 5]

A schematic structure view of a conventional organic thin

film forming apparatus.

[Description of Symbols]

1 ... organic thin film forming apparatus, 2... vacuum chamber,
3(3A, 3B, 3C) ... organic material evaporation sources, 4(4A,
4B, 4C) ... shutters, 5(5A, 5B, 5C) ... heaters, 6A, 6B ...
film thickness monitors, 7(7A, 7B, 7C) ... shrouds, 8 ...
substrate, 9 ... hot water pipe, 10 ... heating portion, 11 ...
main shutter, 12 ... shroud, 14 ... organic material, 50 ...
lead wire, 51 ... power source unit, 70(70A, 70B, 70C) ...
holding portions, 71 ... cooling medium.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-168559

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月28日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I	
C 2 3 C	14/12	C 2 3 C	14/12
C 0 9 K	11/01	C 0 9 K	11/01
	11/06		11/06
H 0 1 L	21/203	H 0 1 L	21/203
	51/00		29/28
		審査請求	未請求
		請求項の数	8 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-342653

(22) 出願日 平成8年(1996)12月6日

(71) 出願人 000231464

日本真空技術株式会社

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72) 発明者 長嶋 直樹

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空
技術株式会社内

(72) 発明者 高橋 夏木

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空
技術株式会社内

(72) 発明者 榎岸 敏夫

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空
技術株式会社内

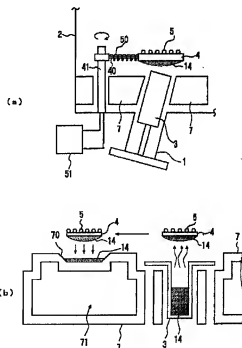
(74) 代理人 弁理士 石島 茂男 (外1名)

(54) 【発明の名称】 有機薄膜形成装置及び有機材料の再利用方法

(57) 【要約】

【課題】有機材料用蒸発源からの蒸気を遮蔽するためのシャッターに付着した有機材料を容易に回収することができる有機薄膜形成装置及び有機材料再利用方法を提供する。

【解決手段】本発明の有機薄膜形成装置は、真空槽2中では有機材料14を蒸発させて基板上に有機薄膜を形成する有機材料用蒸発源3と、有機材料用蒸発源3から蒸発した有機材料14の蒸気を所定の蒸発速度が得られるまで遮蔽し封じ込めおくためのシャッター4とを有する。シャッター4に付着した有機材料14をヒーター5によって加熱して再蒸発させ、その蒸気を冷却媒体71が循環されるシュラウド7で冷却し、収容部70に捕獲収容する。本発明によれば、純度の高い有機EL素子形成用の有機材料を再利用することができる。



1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】真空槽中で所定の有機材料を蒸発させて基体上に有機薄膜を形成するための蒸発源と、該蒸発源から蒸発した上記有機材料の蒸気を所定の蒸発速度が得られるまで遮蔽し封じ込めておくためのシャッターと、該シャッターに付着した上記有機材料を加熱して再蒸発させるための加熱手段と、該シャッターから蒸発した上記有機材料を捕獲して収容する収容手段とを備えたことを特徴とする有機薄膜形成装置。

【請求項 2】収容手段が真空槽中の蒸気を冷却するための冷却手段を有することを特徴とする請求項 1 記載の有機薄膜形成装置。

【請求項 3】液体窒素によって真空槽中の蒸気を冷却する冷却手段を有することを特徴とする請求項 2 記載の有機薄膜形成装置。

【請求項 4】所定の有機材料が有機エレクトロルミネセンス素子を形成するための有機化合物モノマーであることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項記載の有機薄膜形成装置。

【請求項 5】真空蒸着用蒸発源から蒸発した所定の有機材料の蒸気をシャッターによって所定の蒸発速度が得られるまで遮蔽し封じ込めておく有機薄膜形成装置において、該シャッターに付着した上記有機材料を加熱して再蒸発させ、この有機材料を捕獲収容して再び蒸発材料として用いることを特徴とする有機蒸発材料の再利用方法。

【請求項 6】シャッターから再蒸発した有機材料の蒸気を冷却して捕獲収容することを特徴とする請求項 5 記載の有機蒸発材料の再利用方法。

【請求項 7】液体窒素によって有機材料の蒸気を冷却することを特徴とする請求項 6 記載の有機蒸発材料の再利用方法。

【請求項 8】所定の有機材料が有機エレクトロルミネセンス素子を形成するための有機化合物モノマーであることを特徴とする請求項 5 乃至 7 のいずれか 1 項記載の有機蒸発材料の再利用方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば、有機 E L (電界発光) 素子等を製造する際に、基体上に有機化合物の蒸着膜を形成するための有機薄膜形成装置及び有機材料の再利用方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、半導体を中心としたエレクトロニクスは無機物を対象として発展してきたが、近年、有機化合物を用いた機能性薄膜が着目されている。有機化合物を利用する理由として、

①無機物より多様な反応系・特性が利用できる。

2

②無機物より低エネルギーで表面処理ができる。

ということがあげられる。

【0003】このような機能性薄膜として、有機 E L 素子・圧電センサ・焦電センサ・電気絶縁膜等がある。このような機能性薄膜は、主として蒸着によって形成されるが、これらのうち、特に有機 E L 素子は、ディスプレイパネルとして利用が可能であることから、蒸着成膜の大量積化が求められている。

【0004】図 5 は、従来の有機薄膜形成装置の概略構成を示すものである。図 5 に示すように、この有機薄膜形成装置 100 は、図示しない真空排気系に連結される真空槽 101 を有し、この真空槽の下部に設けられる導入部 101 A、101 B に、複数の有機材料用蒸発源 102 A、102 B が仕切板 103 を挟んで両側に配設される。

【0005】有機材料用蒸発源 102 A、102 B の上方近傍には、有機材料の蒸気を閉じこめておくためのシャッター 104 A、104 B がそれぞれ設けられ、これらのシャッター 104 A、104 B の上方近傍には、成膜速度を測定するための膜厚モニター 105 A、105 B が設けられる。

【0006】一方、真空槽 101 の上部には、蒸着膜を成膜すべき基板 106 が配置される。そして、基板 54 の上部に、加熱部 107 を有する加熱手段 108 が、基板 106 に密着するように設けられる。さらに、基板 106 の下方には、有機材料の蒸気を遠るためのメインシャッター 109 が設けられる。

【0007】この有機薄膜形成装置 100 を用いて基板 106 上に蒸着を行う場合には、真空槽 101 内の真空排気を行い、シャッター 104 A、104 B 及びメインシャッター 109 を閉じた状態で有機材料用蒸発源 102 A、102 B 内の有機材料を所定の温度に加熱する。

【0008】そして、各有機材料が所定の温度に達して所要の蒸発量が得られた後に、シャッター 104 A、104 B 及びメインシャッター 109 を開き、所定の析出速度で基板 106 上に有機材料を蒸着し、増積させて所定の厚みの有機薄膜を形成した後にシャッター 104 A、104 B 及びメインシャッター 109 を閉じる。

【0009】

【0010】このシャッター 104 A、104 B の裏面に付着した有機材料をそのまま放置しておくと、シャッター 104 A、104 B の開閉の際の振動によってこの

3

有機材料が粉体として舞い上がり、その結果、均一な厚みの蒸着膜が得られない場合がある。このため、従来の装置においては、頻繁にシャッター104A、104Bの清掃を行わなければならない。

【0011】また、従来、シャッター104A、104Bの表面に付着した有機材料は捨てられていたが、この種の有機材料は高価なものもあり、しかも、真空中で再蒸発された有機材料は精製されている場合が多いため、再利用したいという要望もあった。

【0012】本発明は、このような従来の技術の課題を解決するためになされたもので、有機材料用蒸発源からの蒸気を運搬するためのシャッターに付着した有機材料を容易に回収することができる有機薄膜形成装置及び有機材料の再利用方法を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、請求項1記載の発明は、真空槽中で所定の有機材料を蒸発させて基体上に有機薄膜を形成するための蒸発源と、該蒸発源から蒸発した上記有機材料の蒸気を所定の蒸発速度が得られるまで運搬し封じ込めおくためのシャッターと、該シャッターに付着した上記有機材料を加熱して再蒸発させるための加熱手段と、該シャッターから蒸発した上記有機材料を捕獲して收容する收容手段とを備えたことを特徴とする有機薄膜形成装置である。

【0014】この場合、請求項2記載の発明のように、請求項1記載の発明において、收容手段が真空槽中の蒸気を冷却するための冷却手段を有することも効果的である。

【0015】また、請求項3記載の発明のように、請求項2記載の発明において、液体窒素によって真空槽中の蒸気を冷却する冷却手段を有することも効果的である。

【0016】さらに、請求項4記載の発明のように、請求項1乃至3のいずれかに記載の発明において、所定の有機材料が有機エレクトロルミネッセンス素子を形成するための有機化合物モノマーである場合に特に効果がある。

【0017】一方、請求項5記載の発明は、真空蒸着用蒸発源から蒸発した所定の有機材料の蒸気をシャッターによって所定の蒸発速度が得られるまで運搬し封じ込めおく有機薄膜形成装置において、該シャッターに付着した上記有機材料を加熱して再蒸発させ、この有機材料を捕獲收容して再び蒸発材料として用いることを特徴とする有機蒸発材料の再利用方法である。

【0018】この場合、請求項6記載の発明のように、請求項5記載の発明において、シャッターから再蒸発した有機材料の蒸気を冷却して捕獲收容することも効果的である。

【0019】また、請求項7記載の発明のように、請求項6記載の発明において、液体窒素によって有機材料の蒸気を冷却することも効果的である。

4

【0020】さらに、請求項8記載の発明のように、請求項5乃至7のいずれかに記載の発明において、所定の有機材料が有機エレクトロルミネッセンス素子を形成するための有機化合物モノマーである場合に特に効果がある。

【0021】かかる構成を有する請求項1記載の発明の場合、シャッターに付着した有機材料を加熱手段によって加熱し、蒸発した有機材料を收容手段によって捕獲して收容するようにしたことから、有機材料用蒸発源と対向するシャッターの面を容易に有機材料の付着しない状態とすることができ、その結果、成膜時におけるシャッターの開閉の際の振動によって有機材料が粉体として舞い上がることがなくなり、また、頻繁に清掃する必要もなくなる。

【0022】この場合、請求項2記載の発明のように、收容手段が真空槽中の蒸気を冷却するための冷却手段を有し、特に、請求項3記載の発明のように、液体窒素によって冷却するように構成すれば、有機材料の蒸気が捕獲されやすくなる。

【0023】また、請求項5記載の発明のように、シャッターに付着した有機材料を加熱して再蒸発させ、この有機材料を捕獲收容して再び蒸発材料として用いた場合、このシャッターに付着した有機材料は、真空中で蒸発されたものであるため、精製されている場合が多く、純度の高い有機蒸発材料を得ることができる。

【0024】この場合、請求項8記載の発明のように、シャッターから再蒸発した有機材料の蒸気を冷却して捕獲收容し、特に、請求項7記載の発明のように、液体窒素によって所定の有機材料の蒸気を冷却すれば、有機材料の蒸気が捕獲されやすくなり、有機材料の回収率が向上する。

【0025】また、請求項4又は8記載の発明のように、所定の有機材料が有機エレクトロルミネッセンス素子を形成するための有機化合物モノマーである場合には、高価な材料を無駄にすることがなくなる。

【0026】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係る有機薄膜形成装置及び有機材料の再利用方法の好ましい実施の形態を図1〜4を参照して詳細に説明する。

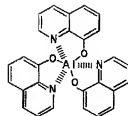
【0027】図3は、本実施の形態に係る有機薄膜形成装置の一例を示すものである。図3に示すように、この有機薄膜形成装置1は、例えばクライオポンプ等の真空排気系（図示せず）に連結される真空槽2を有し、この真空槽2の下部に設けられる複数の導入部2A、2Bに、有機材料用蒸発源3（3A、3B）が仕切板15を挟んでそれぞれ配設される。

【0028】各有機材料用蒸発源3A、3Bの内部には、例えば、有機EL素子を作製するための有機化合物オリゴマーとして、Alq₃ [Tris(8-hydroxyquinolin e) aluminium, sublimed] を初め、種々のものが充満さ

れる。

【0029】

【化1】



Alq

【0030】各有機材料用蒸発源3A、3Bの上側近傍には、有機材料の蒸気を遮断し封じこめておくためのシャッター4（4A、4B）がそれぞれ設けられ、これらのシャッター4A、4Bの上部には、後述する有機材料を加熱するためのヒーター5（5A、5B）がそれぞれ設けられている。なお、各シャッター4A、4Bの上方近傍には、成膜速度を測定するための膜厚モニター6（6A、6B）が設けられる。

【0031】また、各有機材料用蒸発源3A、3Bの周囲には、シュラウド7が設けられている。このシュラウド7は、後述するようにその内部に液体窒素等が循環されるもので、各有機材料用蒸発源3A、3B周辺の水分及びシャッター4A、4Bから再蒸発する有機材料14の蒸気を捕獲する機能を有するものである。

【0032】一方、真空槽2の上部には、蒸着膜を成膜すべき基板8が配置される。そして、基板8の上方に、加熱用の例えば温水パイプ9を有する加熱部10が、基板8に密着するように設けられる。さらに、基板8の下方には、有機材料の蒸気を運るためのメインシャッター11が設けられる。

【0033】また、真空槽2の側壁の近傍には、基板8及びメインシャッター11を取り囲むようにシュラウド12が設けられる。このシュラウド12は、その内部に液体窒素等が循環されるもので、基板8の周辺の水分及び真空槽2の内壁から再蒸発する有機材料14の蒸気を捕獲する機能を有するものである。

【0034】さらに、真空槽2には、窒素ガス等の不活性ガスを真空槽2内に導入するためのガス導入手段13が設けられている。

【0035】図1は、本実施の形態の要部を示すもので、図1（a）は、一つのシャッター4近傍の構成を示す概略構成図、図1（b）は、シャッター4に付着した有機材料の再利用方法を示す説明図である。

【0036】図1（a）に示すように、有機材料用蒸発源3の上方に設けられるシャッター4は、アーム40によって支柱41に取り付けられ、水平方向に回転自在となっている。シャッター4の上面に設けられるヒーター5は、リード線5を介して真空槽2の外部に設けた電

源装置51に接続されている。

【0037】シャッター4は、例えば、チタン（Ti）、モリブデン（Mo）等の高融点金属製の円盤状の部材からなり、その下面には鏡面が形成されている。

【0038】一方、図1（b）に示すように、有機材料用蒸発源4の周囲に設けられるシュラウド7の内部には、例えば、液体窒素等の冷却媒体71が充填されている。また、シュラウド7の上面には、シャッター4の下面に付着した有機材料14を回収するための凹部からなる収容部70が形成されている。

【0039】そして、図2に示すように、シャッター4は、有機材料用蒸発源3の上方とシュラウド7の収容部70の上方との間を移動するように構成されている。この場合、シャッター4はシュラウド7の収容部70にごく近接するように配される。

【0040】また、図1及び図2に示すように、シュラウド7の収容部70はシャッター4の直径より大きい直径を有する円形形状を有し、かつ、有機材料用蒸発源3の口径より大きい直径を有するように構成される。

【0041】図4は、有機材料用蒸発源3、シャッター4及びシュラウド7の収容部70の位置関係を示すものである。図4に示すように、真空槽2内において、複数（図4に示す例では3つ）の同じ構成の有機材料用蒸発源3（3A、3B、3C）、シャッター4（4A、4B、4C）、シュラウド7（7A、7B、7C）が設けられる場合には、各有機材料用蒸発源3A、3B、3C、シャッター4A、4B、4C、シュラウド7A、7B、7Cの収容部70A、70B、70Cが同芯円上に配置される。そして、各シャッター4A、4B、4Cは、支柱41の回転により有機材料用蒸発源3A、3B、3Cの上方と上記収容部70A、70B、70Cの上方との間を移動するように構成される。

【0042】このような構成を有する本実施の形態において、基板8上に有機薄膜を形成する場合には、真空槽2内の真空排気を行って真空槽2内を所定の圧力にした後、シャッター3及びメインシャッター11を開じた状態で各有機材料用蒸発源3内の有機材料を所定の温度に加熱する。

【0043】そして、各有機材料用蒸発源3内の有機材料が所定の温度に達して所要の蒸発量が得られた後に、シャッター4を開くとともにメインシャッター11を開き、所定の析出速度で基板8上に有機材料を蒸着して堆積させる。そして、所定の厚みの有機薄膜を形成した後シャッター4及びメインシャッター11を閉じる。

【0044】このような真空蒸着を繰り返すと、図1に示すように、シャッター4の下面に有機材料14が付着して堆積する。このシャッター4に付着した有機材料は、次のような方法によって回収し、再利用することができる。

【0045】まず、真空槽2の内部の圧力を大気圧に戻

7

し、図2に示すように、シャッター4を有機材料用蒸発源3の上から移動してシュラウド7の収容部70の上方に配置させる。

【0046】そして、シャッター4の上面に設けたヒーター5に通電してシャッター4を加熱し、その下面に付着した有機材料14を加熱する。この場合、有機材料14が蒸発する温度（例えば、Alq₃の場合は350℃程度）で有機材料14を加熱する。

【0047】この蒸発した有機材料14の蒸気は、シュラウド7の表面によって冷却され、固体状態となってシュラウド7の収容部70内に捕獲される。そして、この有機材料14を回収すれば、再度蒸着用の有機材料として用いることができる。

【0048】このような構成を有する本実施の形態によれば、容易にシャッター4の下面を有機材料14の付着しない状態とすることができ、その結果、成膜時におけるシャッター4の開閉の際の振動によって有機材料14が粉体として舞い上がることはない。このため、常に均一な厚みの蒸着膜を得ることができる。また、シャッター4の清掃を行う頻度を少なくすることができる。

【0049】また、シャッター4の下面に付着した有機材料14は、真空中で蒸発されたものであるため精製されている場合が多く、純度の高い有機蒸発材料を得ることができる。したがって、これを再利用することにより、より高品質の有機薄膜を形成することができる。

【0050】一方、有機EL薄膜を形成するための有機材料は高価なものもあるが、本実施の形態によれば、蒸発材料を無駄にすることがなく、ひいてはコストダウンを図ることができる。

【0051】なお、本発明は上述の実施の形態に限れることなく、種々の変更を行うことができる。例えば、シャッター4上に設けられるヒーター5のパターンは種々の形状とすることができる。また、ヒーター5として、赤外線ランプヒーターを始め種々のものを用いることができる。

【0052】また、有機材料14を収容するための容器をシュラウド7と別に設けることもできるが、上述した実施の形態のように、シュラウド7の上面に収容部70を設けるようにすれば、よりコンパクトな構成とすることができる。

【0053】さらに、上述の実施の形態においては、シュラウド7の内部に冷却媒体71として液体窒素を循環させるようにしたが、例えば、冷却水を循環させるように構成してもよい。

【0054】さらにまた、シャッター4を加熱して有機材料14を回収する時期は、任意のものとする事ができる。ただし、真空中では有機材料14の捕獲が困難であるため、例えば、メンテナンス時など大気中でシャッター4を加熱することが好ましい。

8

【0055】さらにまた、本発明は有機EL素子を製作するための装置のみならず、例えば、有機センサーを製作する装置や蒸着重合により高分子薄膜を形成する装置にも適用することができる。もっとも、本発明は高価な有機材料を用いる有機EL素子製作装置において特に効果が大いものである。

【0056】

【発明の効果】以上述べたように本発明によれば、シャッターの有機材料用蒸発源に対向する面を容易に有機材料の付着しない状態とすることができ、成膜時におけるシャッターの開閉の際の振動による有機材料の舞い上がりを防止することができる。したがって、本発明によれば、常に均一な厚みの蒸着膜を得ることができ、また、シャッターの清掃を行う頻度を少なくすることができる。

【0057】さらに、シャッターに付着した有機材料は、真空中で蒸発されたものであるため精製されている場合が多く、純度の高い有機蒸発材料を得ることができる。したがって、これを再利用することにより、より高品質の有機薄膜を形成することができる。

【0058】一方、有機EL薄膜を形成するための有機材料は高価なものもあるが、本発明を用いれば、蒸発材料を無駄にすることがなく、ひいてはコストダウンを図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明に係る有機薄膜形成装置の実施の形態の要部を示すもので、図1(a)はシャッター近傍の構成を示す概略構成図、図1(b)はシャッターに付着した有機材料の再利用方法を示す説明図である。

【図2】同実施の形態におけるシャッターの移動を示す説明図である。

【図3】同実施の形態の全体構成を示す概略構成図である。

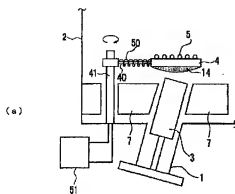
【図4】同実施の形態における有機材料用蒸発源、シャッター及びシュラウドの収容部の位置関係を示す説明図である。

【図5】従来の有機薄膜形成装置の概略構成図である。

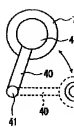
【符号の説明】

1……有機薄膜形成装置 2……真空槽 3(3A、3B、3C)……有機材料用蒸発源 4(4A、4B、4C)……シャッター 5(5A、5B、5C)……ヒーター 6A、6B……膜厚モニター 7(7A、7B、7C)……シュラウド 8……基板 9……温水パイプ 10……加熱部 11……メインシャッター 12……シュラウド 14……有機材料 50……リード線 51……電源装置 70(70A、70B、70C)……収容部 71……冷却媒体

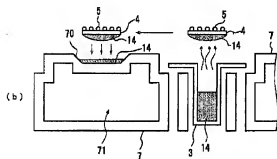
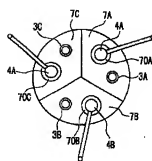
【図 1】



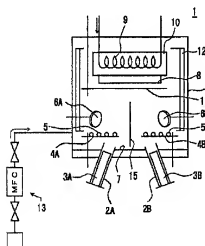
【図 2】



【図 4】



【図 3】



【図 5】

